

微波消解飞灰

1 前言

飞灰由燃料(主要是煤)燃烧过程中排出的微小灰粒,其粒径一般在 $1 \sim 100\mu\text{m}$ 之间,属于危险废物,又称粉煤灰或烟灰。据我国用煤情况,燃用1t煤约产生250~300kg粉煤灰。大量粉煤灰如不加控制或处理,会造成大气污染,进入水体会淤塞河道,其中某些化学物质对生物和人体造成危害。为了检测飞灰中的重金属元素,采用微波消解的方法对其进行前处理,本方法消解迅速,酸用量少,酸雾污染小,有利于AAS、ICP等对痕量重金属元素的准确快速测定。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 TANK Plus 微波消解仪, TK-20 赶酸器, 分析天平(十万分之一)等



2.2 试剂

硝酸(68%)、盐酸(37%)、氟硼酸(40%)

3 实验方法

3.1 实验条件探究

硝酸是重金属消解最常用的酸，也是很多消解实验的基础酸。硝酸具有很强的酸性和氧化性，且绝大多数硝酸盐易溶于水，为后续测试带来方便。

3.2 消解温度

硝酸消解样品常用温度为 180℃，这个温度下硝酸具有极强的氧化性，可以消解大多数样品。但消解时发现 180℃消解效果不好，消解温度在 210℃左右最佳。

3.3 酸体系探究

3.3.1 逆王水体系

取样品 0.1g，加入 6mL 硝酸和 2mL 盐酸，静置 10min 左右，组装消解罐，按照以下参数进行消解：

表 1

阶段	温度/℃	压力/MPa	升温时间/min	保温时间/min
1	150	2	8	2
2	180	2.5	3	2
3	210	3	5	20

消解完成，待冷却至室温后，取出消解罐，存在白色沉淀。

3.3.2 逆王水+氢氟酸

取样品 0.1g，加入 6mL 硝酸、2mL 盐酸和 2mL 氢氟酸，静置 10min 左右，组装消解罐，按照表 1 的参数进行消解实验，结果仍然存在白色沉淀。

3.3.3 逆王水+氟硼酸

取样品 0.1g，加入 6mL 硝酸、2mL 盐酸和 2mL 氟硼酸，静置 10min 左右，组装消解罐，按照表 1 的参数进行消解实验，可消解完全。

4 结论

飞灰样品中存在硅元素，需要添加含氟的酸进行消解，同时样品中还含有钙、镁等元素加入氢氟酸后会产生氟化钙沉淀。故推荐使用逆王水+氟硼酸的体系对样品进行消解，最高温度 210°C。

注意事项

- 1) 随着罐数的增加，升温时间可以适当的延长，使之能够在预设的时间内达到目标温度，若升温缓慢或者迟迟无法达到预设温度，则检查主控罐是否存在漏气。
- 2) 每次运行结束，罐体温度降至 60°C 以下，同时观察压力数值为零时，转移到通风橱，冷却到室温才能打开消解罐。
- 3) 样品消解后需进行赶酸处理，防止氢氟酸或氟硼酸对玻璃器皿的腐蚀。